



PATENT

ATTORNEY DOCKET NO. 046124-5240

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

re Application of:

Yasufumi TAKAGI, et al.

Application No.: 10/679,517

Filed: October 7, 2003

For: **ILLUMINANT, AND, ELECTRON BEAM DETECTOR, SCANNING  
ELECTRON MICROSCOPE AND MASS SPECTROSCOPE EACH  
INCLUDING THE SAME**

Commissioner for Patents  
Arlington, VA 22202

Sir:

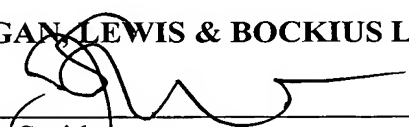
**SUBMISSION OF CLAIM FOR PRIORITY**

Under the provisions of 35 U.S.C. §119, Applicants hereby claim the benefit of the filing date of a Certified copy of Japanese Patent Application No. 2002-296560 filed October 9, 2002, for the above-identified United States Patent Application.

In support of Applicants' claim for priority, filed herewith is a certified copy of the Japanese application.

Respectfully submitted,

**MORGAN, LEWIS & BOCKIUS LLP**

  
\_\_\_\_\_  
John G. Smith  
Reg. No. 33,818

Dated: March 5, 2004

**CUSTOMER NO. 009629**  
**MORGAN, LEWIS & BOCKIUS LLP**  
1111 Pennsylvania Avenue, NW  
Washington, D.C. 20004  
Tel.: (202) 739-3000  
Fax: (202) 739-3001

【書類名】 特許願

【整理番号】 2002-0521

【提出日】 平成14年10月 9日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01J 43/00

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市市野町 1 1 2 6 番地の 1      浜松ホトニクス株式会社内

    【氏名】 高木 康文

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市市野町 1 1 2 6 番地の 1      浜松ホトニクス株式会社内

    【氏名】 新垣 実

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市市野町 1 1 2 6 番地の 1      浜松ホトニクス株式会社内

    【氏名】 内山 昌一

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市市野町 1 1 2 6 番地の 1      浜松ホトニクス株式会社内

    【氏名】 近藤 稔

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市市野町 1 1 2 6 番地の 1      浜松ホトニクス株式会社内

    【氏名】 水野 到

【特許出願人】

    【識別番号】 000236436

    【氏名又は名称】 浜松ホトニクス株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100088155

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 長谷川 芳樹

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100089978

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 塩田 辰也

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100092657

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 寺崎 史朗

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014708

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 発光体と、これを用いた電子線検出器、走査型電子顕微鏡及び質量分析装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 入射する電子を蛍光に変換する発光体であって、  
前記蛍光に対して透明な基板と、  
前記基板の一方の面に形成され、前記電子の入射により前記蛍光を発する量子井戸構造を有する窒化物半導体層とを備えることを特徴とする発光体。

【請求項 2】 前記量子井戸構造の井戸幅は、4 nm以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の発光体。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 に記載の発光体と、  
この発光体が発する前記蛍光に対して感度を有する光検出器とを備えることを特徴とする電子線検出器。

【請求項 4】 請求項 1 又は 2 に記載の発光体と、この発光体が発する前記蛍光に対して感度を有する光検出器とを備えた電子線検出器と、  
少なくとも前記発光体が内部に設置された真空チャンバとを備え、  
前記真空チャンバ内に配置された試料の表面上を電子線で走査することにより、前記試料から発生した二次電子を前記電子線検出器に導き、前記試料の走査位置と前記電子線検出器の出力とを対応づけることにより前記試料の像を撮影することを特徴とする走査型電子顕微鏡。

【請求項 5】 請求項 1 又は 2 に記載の発光体と、この発光体が発する前記蛍光に対して感度を有する光検出器とを備えた電子線検出器と、  
少なくとも前記発光体が内部に配置される真空チャンバと、  
前記真空チャンバ内の試料から発生したイオンをその質量に応じて空間的又は時間的に分離する分離部と、  
前期分離部で分離されたイオンが照射されるダイノードとを備え、  
前記ダイノードへのイオンの入射に応じて前記ダイノードから発生する二次電子を前記電子線検出器に導き、前記電子線検出器の出力から前記試料の質量分析を行うことを特徴とする質量分析装置。

**【発明の詳細な説明】****【0 0 0 1】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、発光体と、これを用いた電子線検出器、走査型電子顕微鏡及び質量分析装置に関するものである。

**【0 0 0 2】****【従来の技術】**

従来の電子線検出器は、強度の高い電子線を計測する場合は、電子線による電流値を計測して電子線の検出をおこなっているが、比較的低い強度の電子線を計測する場合は、電子線による電荷量が少ないのでうまく電子線を検出することができない。そこで、例えば、走査型電子顕微鏡（SEM）に用いられる電子線検出器の場合、試料面に電子線を照射し、当該試料面で発生した二次電子を収集して蛍光体に照射し、この蛍光体で発生した蛍光を光電子増倍管（光検出器）で計測している。このような蛍光体としては、図20に示すような種々の蛍光体が知られている。なお、これらの蛍光体のうち、一例としてP47の電子線照射による発光強度（CL強度）を図21に示す。このグラフの横軸は波長（nm）、縦軸はCL強度（任意単位）であり、P47蛍光体のCL強度のピーク波長はおよそ430nmである。

**【0 0 0 3】**

近年、走査型電子顕微鏡や質量分析装置の分野において、発光強度が強く、且つ応答速度の速い蛍光体が要求されている。なぜなら、例えば、走査型電子顕微鏡においては、蛍光体の応答速度が速いとそれによって走査速度を速くすることができ、装置の性能を著しく向上させることができるからである。

**【0 0 0 4】**

なお、本願の先行技術として、発明者らは特願2001-24421号に係る発明を出願しているが、その他、特に記載すべき先行技術情報は見つからなかった。

**【0 0 0 5】****【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら、図 20 に示す従来の蛍光体では、走査型電子顕微鏡や質量分析装置への適応に十分な応答速度 ( $\mu\text{s e c}$  オーダー) を得ることが困難であるという問題があった。なお、良好な応答速度が得られる数少ない蛍光体のうち、GaAsP 蛍光体は、発光強度が低いため、走査型電子顕微鏡等への適応には不向きであった。

#### 【0006】

本発明は、上述の課題を解決するためになされたもので、応答速度が速く、且つ発光強度が高い蛍光体と、これを用いた電子線検出器、走査型電子顕微鏡及び質量分析装置を提供することを目的とする。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明に係る蛍光体は、入射する電子を蛍光に変換する蛍光体であって、蛍光に対して透明な基板と、基板の一方の面に形成され、電子の入射により蛍光を発する量子井戸構造を有する窒化物半導体層とを備えることを特徴とする。

#### 【0008】

この蛍光体においては、基板の一方の面に形成された窒化物半導体層が電子の入射により蛍光を発すると、少なくともこの蛍光の一部は基板を透過し、基板の他方の面から蛍光を出射する。この蛍光は、窒化物半導体層の量子井戸構造への電子の入射と、これにより生成された電子と正孔の対の再結合に起因するものであり、その応答速度は  $\mu\text{s e c}$  オーダー以下である。また、この蛍光の発光強度は、従来の P47 蛍光体と同程度の強度が得られている。すなわち、この蛍光体は、走査型電子顕微鏡や質量分析装置への適応に十分な応答速度及び発光強度を有している。

#### 【0009】

また、量子井戸構造の井戸幅は、4 nm 以下であることが好ましい。この場合、所望の発光量以上の蛍光を発する蛍光体を得ることができる。

#### 【0010】

本発明に係る電子線検出器は、上記蛍光体と、この蛍光体が発する蛍光に対して感度を有する光検出器とを備えることを特徴とする。

## 【0011】

この電子線検出器においては、上述した発光体から発せられる蛍光が光検出器の光入射面に入射することで、電子線の計測がおこなわれる。すなわち、必要十分な応答速度及び発光強度の蛍光によって電子線の計測がおこなわれる。また、この電子線検出器を走査型電子顕微鏡や質量分析装置に用いることで、これら顕微鏡等の性能向上が図られる。

## 【0012】

## 【発明の実施の形態】

以下、添付図面を参照して本発明に係る発光体と、これを用いた電子線検出器、走査型電子顕微鏡及び質量分析装置の好適な実施の形態について詳細に説明する。なお、同一又は同等の要素については同一の符号を付し、説明が重複する場合にはその説明を省略する。

## 【0013】

図1に示すように、発光体10は、基板12と、基板表面12aに形成された窒化物半導体層14とで構成されている。この基板12の材料はサファイアであり、およそ170nm以上の波長の光を透過する性質を有している。窒化物半導体層14は本実施例では3層構造を有しており、基板12側から、 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $0 \leq x \leq 1$ ) バッファ層14A、SiをドープしたGaN層14B、 $\text{InGa}\text{N}/\text{GaN}$ の量子井戸構造層14Cの順に積層している。この $\text{InGa}\text{N}/\text{GaN}$ の量子井戸構造層14Cとは、 $\text{InGa}\text{N}$ とGaNとで構成された量子井戸構造を有する層であり、電子線が照射されると415nm前後の波長の蛍光を発する。すなわち、電子線を量子井戸構造に届くように入射すると電子と正孔の対が形成され、これが量子井戸内で再結合する過程で蛍光が発せられる。

## 【0014】

そして、170nmより長波長であるこの蛍光の少なくとも一部は、基板12を透過して、基板表面12aの裏面（基板裏面）12bから出射される。なお、本明細書中において、「量子井戸構造」とは、一般的な量子井戸構造の他、量子細線構造、量子ドット構造をも含むものとする。また、本明細書中において、「窒化物半導体」とは、III族元素としてGa、In、Alのうちの少なくとも

1つを含み、主たるV族元素としてNを含む化合物である。

#### 【0015】

次に、窒化物半導体層14の量子井戸構造層14Cについて説明する。

#### 【0016】

まず、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造層14Cの応答特性について説明する。図2は、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体の応答特性を示したグラフであり、比較のために従来のバルク構造のGa<sub>N</sub>発光体の応答特性も同グラフに示す。なお、図2のグラフの横軸は時間(μsec)であり、縦軸は時間0付近でパルス状の電子線を入射した場合における応答出力の大きさ(任意定数)を示している。このグラフから、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体の応答速度S<sub>1</sub>(グラフの傾きの幅)はnsecオーダーであり、バルク構造のGa<sub>N</sub>発光体の応答速度S<sub>2</sub>は10μsecオーダーであることがわかる。

#### 【0017】

続いて、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造層14Cの発光特性について説明する。発明者らは、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造の発光特性を調べるため、カソードルミネセンス(CL)強度及びフォトルミネセンス(PL)強度を測定した。以下、この測定実験について説明する。

#### 【0018】

##### (実施例1)

この測定実験に供される発光体10の製造方法について説明する。まず、サファイア基板12を有機金属気相成長(MOCVD)装置の成長室に導入し、水素雰囲気中、1050℃で5分間熱処理をおこなって、サファイア基板表面12aを清浄化する。そして、基板温度を475℃まで降温し、InGa<sub>N</sub>バッファ層14Aを25nm堆積した後、基板温度を1075℃まで昇温し、Ga<sub>N</sub>層14Bを2.5μm成長させる。その後、基板温度を800℃まで降温し、In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N(x=0.13)/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造層14Cを形成する。このInGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造層14Cの厚さ(井戸幅)は4nm、障壁層10nmで井戸数は11であり、井戸層および障壁層に $1.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ のS



i をドーピングしている。なお、井戸数は 11 に限らず、入射させる電子線の加速電圧により適宜調整してもよい。また、障壁層の厚さは 10 nm に限らず、井戸層に電子を十分に閉じ込められる厚さであればよい。

#### 【0019】

本実施例においては、Ga 源にトリメチルガリウム ( $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ : TMGa)、In 源にトリメチルインジウム ( $\text{In}(\text{CH}_3)_3$ : TMI n)、Si 源にモノシラン ( $\text{SiH}_4$ ) を用いたが、他の有機金属原料 (例えば、トリエチルガリウム ( $\text{Ga}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$ : TEGa)、トリエチルインジウム ( $\text{In}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$ : TEI n) 等) 及び他の水素化物 (例えば、ジシラン ( $\text{Si}_2\text{H}_4$ ) 等) を用いてもよい。

#### 【0020】

そして、このようにして製造した発光体 10 の電子線 (CL) 強度及びフォトルミネセンス (PL) 強度を測定した。これらの測定結果を図 3 に示す。PL 強度の測定には、He-Cd 光を励起光として用いた。

#### 【0021】

なお、本実施例では、有機金属気相成長装置を用いた例を示したが、ハイドライド気相成長 (HVPE) 装置や分子線エピタキシ (MBE) 装置を用いてもよい。また、各成長温度は、試験に用いた装置に依存するため、本実施例の上述の温度に限定されるものではない。さらに、本実施例では、バッファ層 14 A として InGa N を用いた例を示したが、バッファ層 14 A は、III 族元素として In、Al、Ga の少なくとも 1 つ以上を含み、主たる V 族元素として N を含む窒化物半導体材料から適宜選択可能である。

#### 【0022】

また、各層の膜厚や Si ドーピング量は、本実施例で示した量に限定されないが、上述した量がより好適である。さらに、本実施例ではバッファ層 14 A に Ga N 層 14 B を積層した例を示したが、Ga N 層以外でも、III 族元素として In、Al、Ga の少なくとも 1 つ以上を含み、主たる V 族元素として N を含む窒化物半導体で、量子井戸構造 14 C の発光波長に対して透明となるバンドギャップを有する窒化物半導体から適宜選択可能である。本実施例では、Ga N 層 1

4 B、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造層 14 CにSiをドーピングした例を示したが、これに限定されず、他の不純物（例えばMg）をドーピングしてもよく、また必要に応じ、ドーピングしなくてもよい。

#### 【0023】

（実施例 2）

本実施例は、実施例 1 の InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造層の井戸幅を 2 nm に変えた例であり、その他は実施例 1 の発光体と同様である。この実施例の測定結果は図 4 に示すとおりである。

#### 【0024】

（実施例 3）

本実施例は、実施例 1 の InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造層の井戸幅を 6 nm に変えた例であり、その他は実施例 1 の発光体と同様である。この実施例の測定結果は図 5 に示すとおりである。

#### 【0025】

（実施例 4）

本実施例は、実施例 1 の In 混晶比（x）を 0.07 に変えた例であり、その他は実施例 1 の発光体と同様である。この実施例の測定結果は図 6 に示すとおりである。

#### 【0026】

（実施例 5）

本実施例は、実施例 1 の In 混晶比（x）を 0.10 に変えた例であり、その他は実施例 1 の発光体と同様である。この実施例の測定結果は図 7 に示すとおりである。

#### 【0027】

（実施例 6）

本実施例は、実施例 1 の In 混晶比（x）を 0.14 に変えた例であり、その他は実施例 1 の発光体と同様である。この実施例の測定結果は図 8 に示すとおりである。

#### 【0028】

次に、上述した実施例 1～実施例 6 に対する比較例について説明する。

【0029】

(比較例 1)

比較例 1 として、実施例 1 の量子井戸構造層 14 C がない発光体であって、Ga N 層 14 B に Si をドーピングしない発光体の例を示す (図 9 参照)。

【0030】

(比較例 2)

比較例 2 として、実施例 1 の量子井戸構造層 14 C がない発光体であって、Ga N 層 14 B に Si を  $1.4 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  ドーピングした発光体の例を示す (図 10 参照)。

【0031】

(比較例 3)

本比較例は、比較例 2 の Si ドーピング量を  $2.8 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  に変えた例であり、その測定結果は図 11 に示すとおりである。

【0032】

(比較例 4)

本比較例は、比較例 2 の Si ドーピング量を  $1.4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  に変えた例であり、その測定結果は図 12 に示すとおりである。

【0033】

(比較例 5)

本比較例は、比較例 2 の Si ドーピング量を  $2.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  に変えた例であり、その測定結果は図 13 に示すとおりである。

【0034】

(比較例 6)

本比較例は、比較例 2 の Si ドーピング量を  $6.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  に変えた例であり、その測定結果は図 14 に示すとおりである。

【0035】

なお、図 3～図 14 に示したグラフはいずれも、横軸が発光波長 (nm) であり、左縦軸が CL 強度 (任意単位)、右縦軸が PL 強度 (任意単位) である。

## 【0036】

以上で説明した実施例及び比較例に用いた発光体を表1にまとめて示す。

【表1】

	最上層	井戸 幅 (nm)	障壁層 膜厚 (nm)	In 混晶比 (x)	Si ドーパ量 ( $\text{cm}^{-3}$ )
実施例1	InGa <sub>N</sub> /Ga <sub>N</sub> (量子井戸構造)	4	10	0.13	$1.8 \times 10^{18}$
実施例2	InGa <sub>N</sub> /Ga <sub>N</sub> (量子井戸構造)	2	10	0.13	$1.8 \times 10^{18}$
実施例3	InGa <sub>N</sub> /Ga <sub>N</sub> (量子井戸構造)	6	10	0.13	$1.8 \times 10^{18}$
実施例4	InGa <sub>N</sub> /Ga <sub>N</sub> (量子井戸構造)	4	10	0.07	$1.8 \times 10^{18}$
実施例5	InGa <sub>N</sub> /Ga <sub>N</sub> (量子井戸構造)	4	10	0.10	$1.8 \times 10^{18}$
実施例6	InGa <sub>N</sub> /Ga <sub>N</sub> (量子井戸構造)	4	10	0.14	$1.8 \times 10^{18}$
比較例1	GaN (バルク構造)	—	—	—	0
比較例2	GaN (バルク構造)	—	—	—	$1.4 \times 10^{17}$
比較例3	GaN (バルク構造)	—	—	—	$2.8 \times 10^{17}$
比較例4	GaN (バルク構造)	—	—	—	$1.4 \times 10^{18}$
比較例5	GaN (バルク構造)	—	—	—	$2.8 \times 10^{18}$
比較例6	GaN (バルク構造)	—	—	—	$6.8 \times 10^{18}$

## 【0037】

以上の測定結果から、CL強度は、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体（実施例1～実施例6）においては、バンド間発光が支配的であることがわかる（図3～図8参照）。また、従来のGaN発光体（比較例1～比較例6）においては、Siのドーパ量を大きくするとバンド間の発光が大きくなるが、Siを $6.8 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ ドーパしてもディープレベルの発光（バンドギャップ内の準位を介した発光）が支配的であることがわかる（図9～14参照）。

## 【0038】

すなわち、上述したようにInGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>量子井戸構造を有する発光体で応答速度が速くなるのは、バンド間の発光が支配的であるためで、従来のバルク構造のGaN発光体ではディープレベルの発光が支配的となるために応答速度が

遅いと考えられる。

#### 【0039】

InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体から出射される蛍光の発光量を測定し、従来の発光体の発光量（任意単位）と比較した（図15参照）。この図15のグラフから、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体の発光量（平均で約 $7.20 \times 10^{12}$ ）は、バルク構造のGa<sub>N</sub>発光体の発光量（平均で約 $4.81 \times 10^{12}$ ）に比べてかなり大きく、発光量の大きなP47発光体の発光量と同程度であることがわかる。また、良好な応答特性が得られるGaAsP発光体の発光量（ $9.8 \times 10^{10}$ ）と比べると、100倍近い発光強度であることがわかる。

#### 【0040】

また測定結果（図3～図14）より、PL強度は、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体（実施例1～実施例6）及び従来のバルク構造のGa<sub>N</sub>発光体（比較例1～比較例6）とともにバンド間発光が支配的であることがわかる。このように、従来のバルク構造のGa<sub>N</sub>発光体においては、CLではディープレベルの発光が支配的となり、PLではバンド間での発光が支配的となる。その理由として、PLの励起密度（単位面積あたりに生成されるキャリア密度）はCLの励起密度よりも4～5桁大きいため、PLにおいてはディープレベルの準位のキャリアが飽和してしまつてバンド間での発光が支配的になるためであると考えられる。

#### 【0041】

なお、量子井戸構造を有する発光体における発光量の、Siドープ量への依存性は確認できなかった。

#### 【0042】

以上説明したように、発明者らは鋭意研究の末、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体においては、従来のバルク構造のGa<sub>N</sub>基板よりも応答速度が速くなることを見出した。また、InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体の発光量（発光強度）は、従来のバルク構造のGa<sub>N</sub>発光体やP47発光体の発光量に比べて大きい（もしくは同等である）ことを見出した。そして、

InGaN/GaNの量子井戸構造を有する発光体の応答速度及び発光強度はいずれも、走査型電子顕微鏡や質量分析装置に用いるのに十分な値である。すなわち、InGaN/GaNの量子井戸構造層14Cを有する窒化物半導体層14を備えた発光体10は、走査型電子顕微鏡や質量分析装置に用いる発光体として、従来の蛍光体よりも好適な発光体であるといえる。

#### 【0043】

なお、窒化物半導体層14のInGaN/GaNの量子井戸構造において、量子井戸の井戸幅は4nm以下であることが好ましい。ここで、窒化物半導体層14のInGaN/GaNの量子井戸構造の井戸幅とCL発光強度との関係を示すグラフを図16に示す。図16のグラフの横軸は井戸幅（nm）であり、縦軸は所定量の電子線を照射した場合における発光量（任意単位）である。この図から、井戸幅が6nmの場合は発光量が $1 \times 10^{12}$ より小さいのに対し、井戸幅が4nm以下の場合は発光量がいずれも $1 \times 10^{12}$ 以上となっていることがわかる。すなわち、量子井戸構造の井戸幅を4nm以下にすることで発光量が $1 \times 10^{12}$ 以上となり、発光体10からより実用に好適な蛍光を得ることができる。

#### 【0044】

また、基板12と量子井戸構造層14Cの材料の組み合わせは、サファイアとInGaN/GaNの量子井戸構造以外にも種々の組み合わせが可能であり、以下その組み合わせについて説明する。表2に、基板12の材料に適した基板を示す。

【表 2】

基板材料	透過波長[nm]	[eV]
GaN	366	3.39
AlN	200	6.2
LiAlO <sub>2</sub> (LAO)	191	6.5
LiGaO <sub>2</sub> (LGO)	221	5.6
ZnO	368	3.37
6H-SiC	409	3.03
4H-SiC	380	3.26
$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (サファイア)	170	—
MgO	200	—
MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	200	—

## 【0045】

表 2 に示した材料は、比較的透過波長が短い材料であり、可視光領域の全ての光を透過する材料（例えば、AlN）もある。

## 【0046】

また、量子井戸構造層 14C の材料は、 $\text{In}_x\text{Al}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$  ( $x \leq 1$ 、 $y \leq 1$ 、 $x + y \leq 1$ ) と  $\text{In}_a\text{Al}_b\text{Ga}_{1-a-b}\text{N}$  ( $a \leq 1$ 、 $b \leq 1$ 、 $a + b \leq 1$ ) とから構成される、量子井戸構造を有する窒化物半導体から適宜選択可能である。そのため、上述した量子井戸構造層 14C ( $\text{InGa}\text{N}/\text{Ga}\text{N}$  の組み合わせ

) 以外にも、例えば、 $\text{InGaN}/\text{AlGaIn}$ や、 $\text{InGaIn}/\text{InGaIn}$ 、 $\text{GaIn}/\text{AlGaIn}$ 等の組み合わせが可能である。

#### 【0047】

以上で説明した基板材料と量子井戸構造層の材料との組み合わせにおいては、量子井戸構造層 14C が発する蛍光の波長が、基板 12 の透過波長よりも長くなければならない。すなわち、量子井戸構造層 14C が発する蛍光の波長より短い透過波長の基板材料を選択するか、基板 12 の透過波長より長い波長の蛍光を発する量子井戸構造層 14C の材料を選択することで、蛍光を基板裏面 12b から出射する。

#### 【0048】

次に、上述した発光体 10 を用いた電子線検出器 20 について説明する。

#### 【0049】

図 17 は、電子線検出器 20 の縦断面図である。この電子線検出器 20 においては、入射した電子を蛍光に変換する発光体 10 と光検出器 30 の光入射面 I とが、光学部材 (光ガイド部材) 22 を介して光学的に結合されている。また、電子線検出器 20 は、発光体 10 と光検出器 30 とが、光学部材 22 を介して物理的に接続され、一体となっている。より具体的には、光入射面 I に、蛍光透過性の材料からなる光学部材 22 が貼り付けられており、この光学部材 22 に発光体 10 が取り付けられている。光ガイド部材 22 は、光ファイバプレート (FOP) 等のライトガイドであるが、この他、発光体 10 において発生した蛍光を光入射面 I 上に集光するレンズであってもよい。

#### 【0050】

光学部材 22 と光検出器 30 との間には、蛍光透過性の接着層 (接着剤: 樹脂) AD2 が介在しており、接着層 AD2 によって光学部材 2 と光検出器 10 との間の相対位置が固定されている。

#### 【0051】

光学部材 22 はガラス板であり、発光体 10 の基板裏面 12b 上には  $\text{SiN}$  層 ADa 及び  $\text{SiO}_2$  層 ADb が形成され、 $\text{SiO}_2$  層 ADb と光学部材 22 のガラス板とが融着されている。 $\text{SiO}_2$  層 ADb もガラス板も共に珪化酸化物である



ため、これらは加熱を行うことにより融着する。また、SiO<sub>2</sub>層ADbは、スパッタリング法等を用いてSiN層ADa上に形成しているが、これらの結合力も高い。

#### 【0052】

SiN層ADaは同じくスパッタリング法等によって発光体10の面上に形成されているが、これらの結合力も高いので、結果的には接着層AD1が発光体10を光学部材22に接着する。また、SiN層ADaは、反射防止膜としても機能し、SiN層ADaは、電子線の入射に応じて発光体10内で発生した蛍光が発光体10方向へ反射されるのを抑制する。なお、接着層AD1、AD2全体としてのそれぞれの屈折率は1.5である。

#### 【0053】

このような構造を有する電子線検出器20において、電子線の入射に応じて発光体10内で発生した蛍光は、蛍光透過性の材料からなる接着層AD1を介して、光学部材2に入射し、光学部材2及び接着層AD2を順次透過して光検出器30の光入射面Iに至る。

#### 【0054】

なお、本例に示される光検出器30は光電子増倍管である。この光検出器30は、金属製の側管30a、側管30aの頂部の開口を閉塞する光入射窓（面板）30b、側管30aの底部の開口を閉塞するステム板30cからなる真空容器を備えている。この真空容器内には、光入射窓30bの内面に形成された光電陰極30dと、電子増倍部30eと、陽極Aが配置されている。

#### 【0055】

光入射面Iは、光入射窓30bの外表面であり、光入射面Iに入射した蛍光は、光入射窓30bを透過して光電陰極30dに入射し、光電陰極30dは、蛍光の入射に応じて光電変換を行って（光）電子を前記真空容器内部方向に放出する。この電子は、マイクロチャネルプレートやメッシュ型のダイノードからなる電子増倍部30eによって増倍され、陽極Aで収集される。

#### 【0056】

陽極Aで収集された電子は、ステム板30cを貫通するピン30pを介して光

検出器 30 の外部に取り出される。なお、ピン 30 p の数は複数であり、各ピン 30 p を介して電子増倍部 30 e に所定の電位が与えられる。なお、金属製の側管 30 a の電位は 0 V であり、光電陰極 30 d は側管 30 a に電氣的に接続されている。

#### 【0057】

上記電子線検出器 20 は、走査型電子顕微鏡 (SEM) や質量分析装置に用いることができる。

#### 【0058】

図 18 は、走査型電子顕微鏡の主要部の概略説明図である。この走査型電子顕微鏡は、上記電子線検出器 20 を備えている。電子線 e1 を試料 SM 上に照射し、当該電子線 e1 で試料 SM の表面を走査すると、試料 SM の表面からは二次電子が放出され、これが電子線 e2 として電子線検出器 20 へと導かれる。電子線 e2 の入射に応じてピン 30 p から電気信号が出力される。

#### 【0059】

すなわち、この走査型電子線顕微鏡は、電子線検出器 20 の少なくとも発光体 10 を真空チャンバ (図示せず) 内に備えており、この真空チャンバ内に配置された試料 SM の表面上を電子線 e1 で走査することにより試料 SM から発生した二次電子を電子線検出器 20 に導き、電子線 e1 の走査位置と電子線検出器 20 の出力を同期させて対応づけることにより、試料 SM の像を撮影する装置である。そして、電子線顕微鏡 20 が採用されたこの走査型電子顕微鏡においては、電子線検出器 20 の発光体 10 の応答速度が n s e c オーダーと高速であるため、走査速度を著しく向上させることが可能である。

#### 【0060】

図 19 は、質量分析装置の主要部の概略説明図である。

#### 【0061】

この質量分析装置は、上記電子線検出器 20 を備えている。分離部 AZ 内に位置する正イオンは、アパーチャー AP に適当な電位を与えると共に、アパーチャー AP に対して分離部 AZ とは逆側に位置する第 1 ダイノード DY1 に負電位を与えると、アパーチャー AP を通過して第 1 ダイノード DY1 に衝突し、衝突に

伴って第1ダイノードDY1の表面からは二次電子が放出され、これが電子線e3として電子線検出器20へと導かれる。

#### 【0062】

なお、第2ダイノードDY2には正の電位が与えられており、分離部AZから負イオンを引き出す場合には、この負イオンは第2ダイノードDY2に衝突し、衝突に伴って第2ダイノードDY2の表面からは二次電子が放出され、これが電子線e3として電子線検出器20へと導かれる。電子線e3の入射に応じてピン30pからは電気信号が出力される。

#### 【0063】

質量分析装置には様々なタイプがあるが、いずれもイオンを質量に応じて時間的又は空間的に分離するものである。

#### 【0064】

分離部AZが飛行管であるとする、イオンは質量に応じて飛行管内部の通過時間が異なるので、結果的にはダイノードDY1又はDY2への到達時間が異なり、したがって、ピン30pから出力される電流値の時間変化をモニタすれば各イオンの質量が判明する。すなわち、この電流値は時間毎に各質量のイオンの量を示していることとなる。

#### 【0065】

分離部AZが、磁界によって各イオンの飛行軌道を質量に応じて変えるものであるとする、分離部AZの磁束密度を可変することにより、アパーチャーAPを通過するイオンが質量毎に異なり、したがって、ピン30pから出力される電流値の時間変化をモニタすれば各イオンの質量が判明する。すなわち、磁束密度を掃引する又はアパーチャーAPの位置を走査すれば、この電流値は時間毎に各質量のイオンの量を示していることとなる。

#### 【0066】

以上、説明したように、上記質量分析装置は、電子線検出器20の少なくとも化合物半導体基板1が配置される真空チャンバ（図示せず）と、この真空チャンバ内の試料（図示せず）から発生したイオンを、その質量に応じて空間的又は時間的に分離する分離部AZと、分離部AZで分離されたイオンが照射されるダイ

ノードDY1, DY2とを備え、ダイノードDY1, DY2へのイオンの入射に応じてダイノードDY1, DY2から発生した二次電子e3を電子線検出器20に導き、電子線検出器20の出力から上記試料の質量分析を行っている。このように、電子線顕微鏡20が採用された質量分析装置においては、電子線検出器20の発光体10の応答速度がnsecオーダーと高速であるため、質量分解能を著しく向上させることが可能である。

#### 【0067】

本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、様々な変形が可能である。例えば、窒化物半導体層14は、その一部が量子井戸構造であっても、全体が量子井戸構造であってもよい。また、光検出器30は、光電子増倍管以外に、例えばアバランシェホトダイオード(APD)であってもよい。さらに、光学部材20は、直線的な形状に限らず、曲線的な形状であってもよく、またサイズも適宜変更可能である。

#### 【0068】

##### 【発明の効果】

本発明によれば、応答速度が速く、且つ発光強度が高い発光体と、これを用いた電子線検出器、走査型電子顕微鏡及び質量分析装置が提供される。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

本発明の実施形態に係る発光体を示した断面図である。

##### 【図2】

InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体の応答特性を示したグラフである。

##### 【図3】

表1に示した実施例1における発光体の発光特性を示したグラフである。

##### 【図4】

表1に示した実施例2における発光体の発光特性を示したグラフである。

##### 【図5】

表1に示した実施例3における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 6】

表 1 に示した実施例 4 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 7】

表 1 に示した実施例 5 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 8】

表 1 に示した実施例 6 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 9】

表 1 に示した比較例 1 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 10】

表 1 に示した比較例 2 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 11】

表 1 に示した比較例 3 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 12】

表 1 に示した比較例 4 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 13】

表 1 に示した比較例 5 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 14】

表 1 に示した比較例 6 における発光体の発光特性を示したグラフである。

## 【図 15】

InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体と従来の発光体との発光量を比較したグラフである。

## 【図 16】

InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>の量子井戸構造を有する発光体の井戸幅と発光量との関係を示したグラフである。

## 【図 17】

本発明の実施形態に係る電子線検出器を示した縦断面図である。

## 【図 18】

図 17 の電子線検出器を用いた走査型電子顕微鏡を示した概略構成図である。

## 【図 19】

図 1 7 の電子線検出器を用いた質量分析装置を示した概略構成図である。

【図 2 0】

従来の蛍光体の諸特性を示した表である。

【図 2 1】

P 4 7 蛍光体の発光特性を示したグラフである。

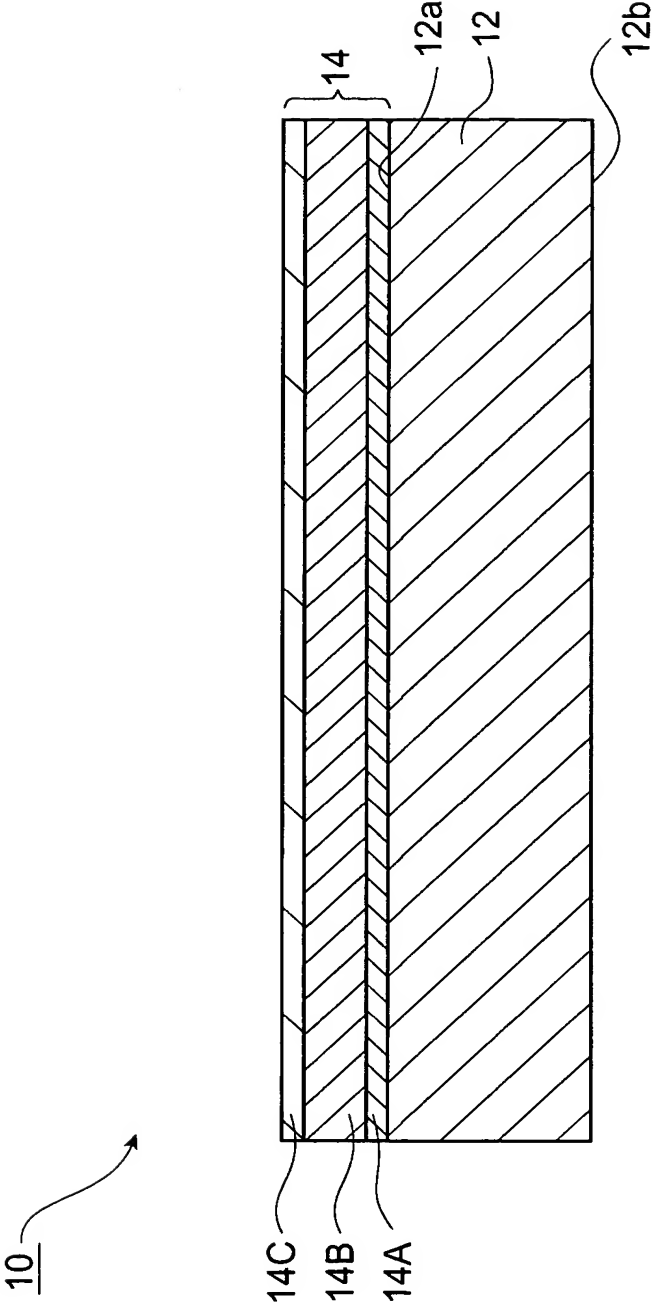
【符号の説明】

1 0 … 発光体、1 2 … 基板、1 2 a … 基板表面、1 2 b … 基板裏面、1 4 … 窒化物半導体層、1 4 C … 量子井戸構造層、2 0 … 電子線検出器、2 2 … 光学部材、3 0 … 光検出器、A Z … 分離部、D Y 1, D Y 2 … ダイノード、e 1, e 2, e 3 … 電子線、I … 光入射面、S M … 試料。

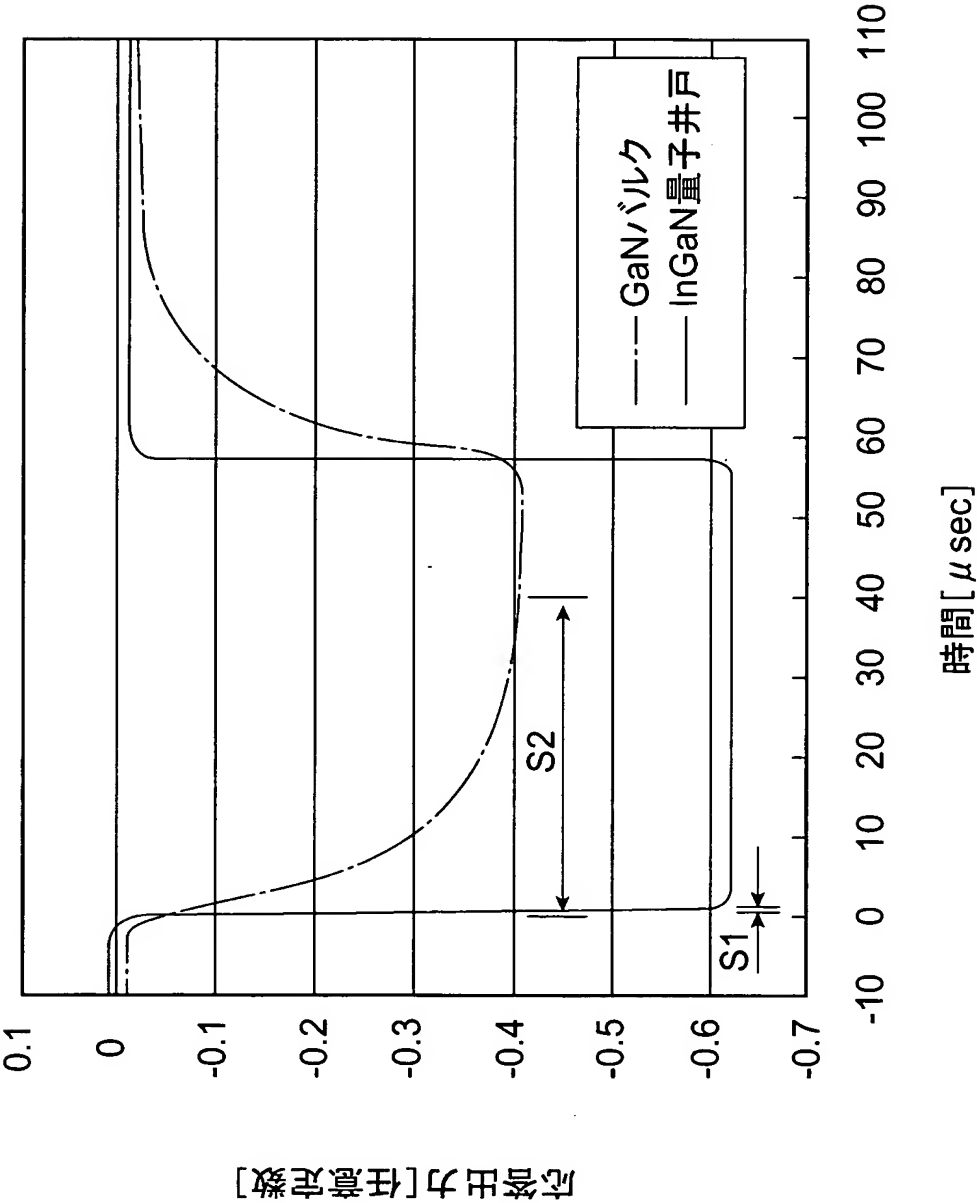
【書類名】

図面

【図 1】

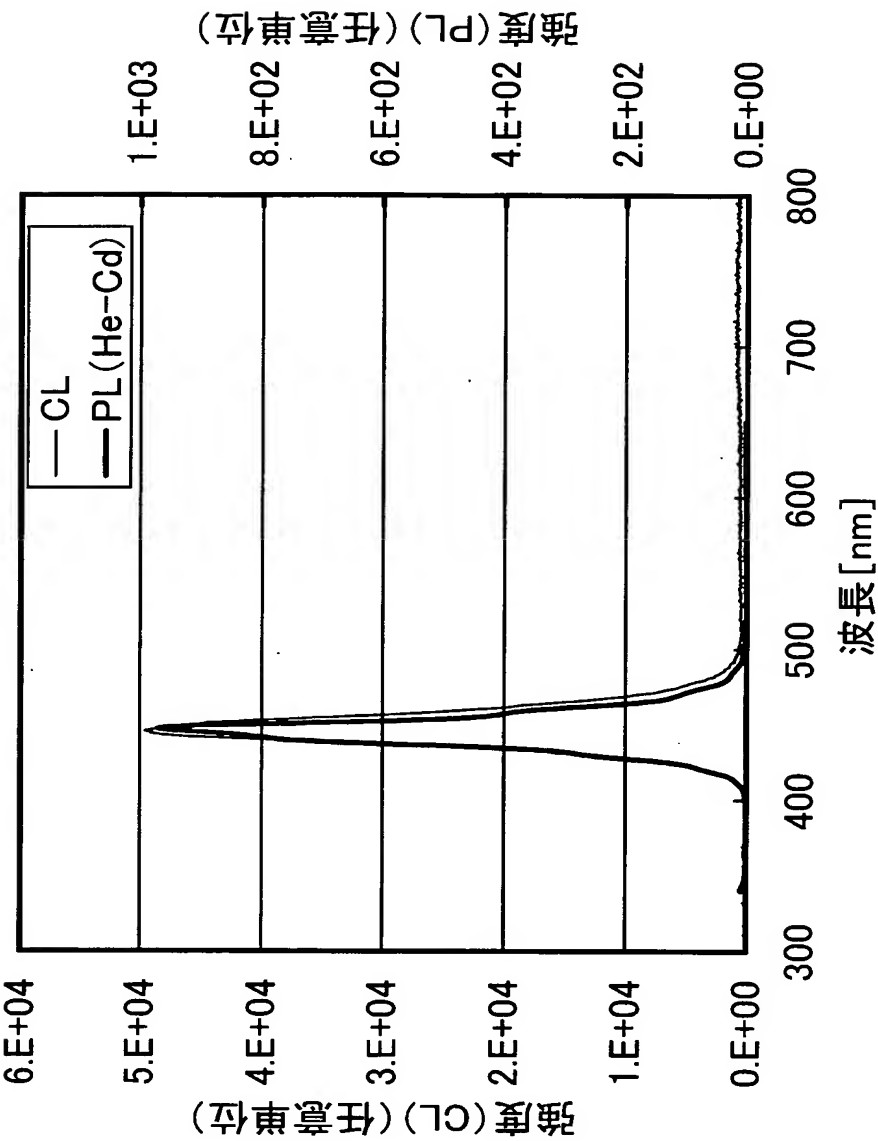


【図 2】

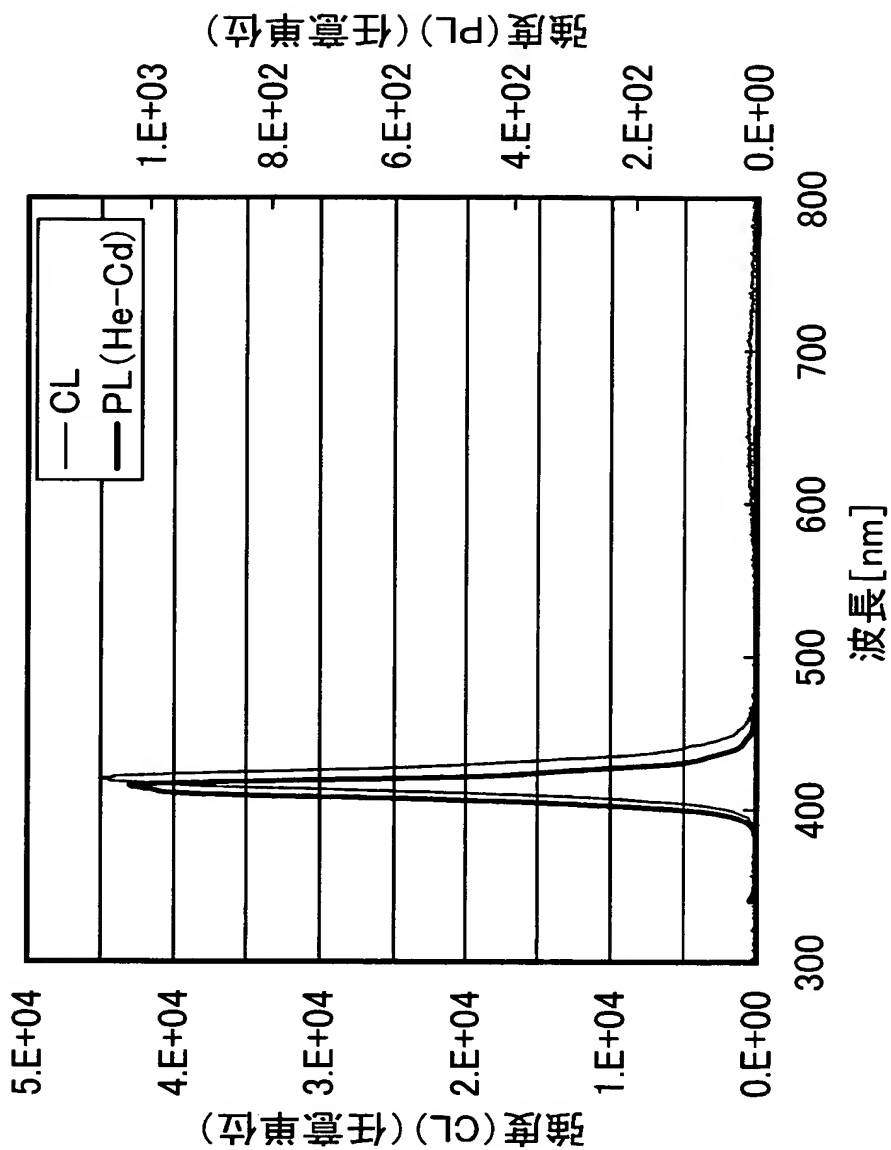




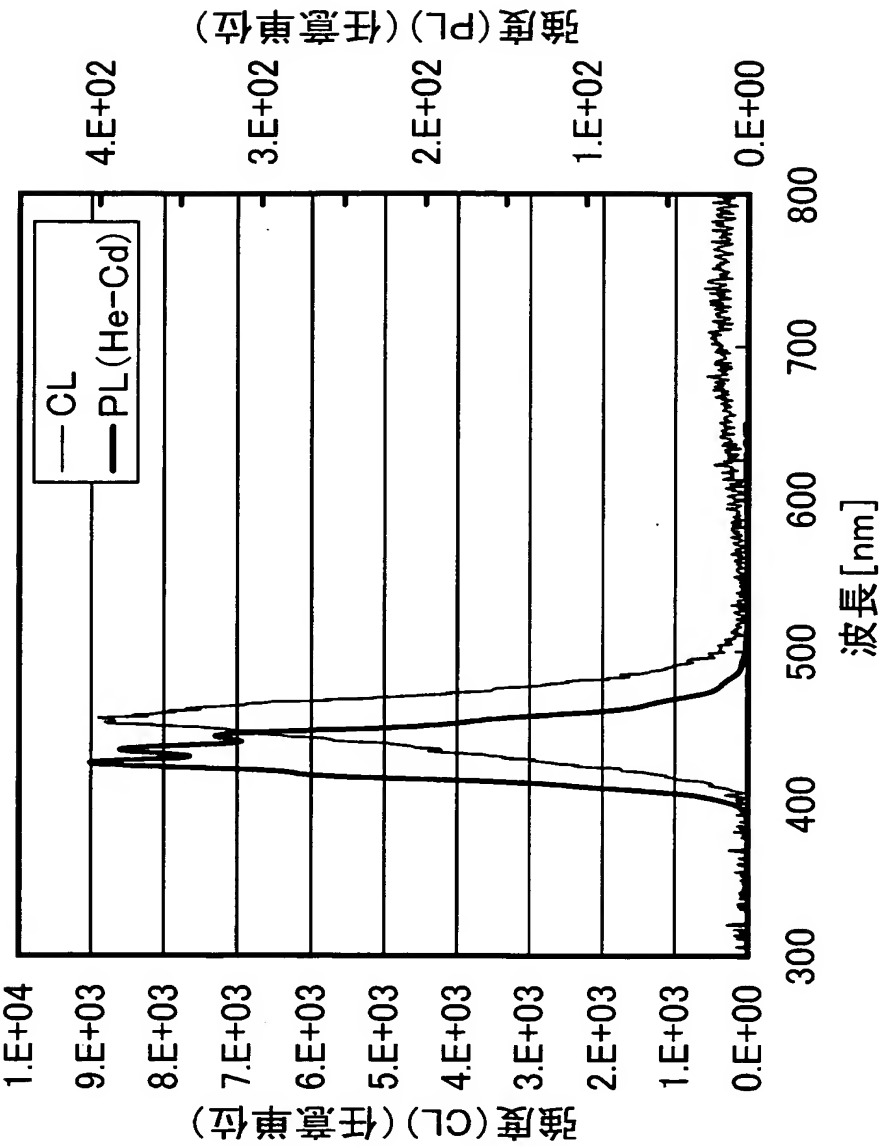
【図 3】



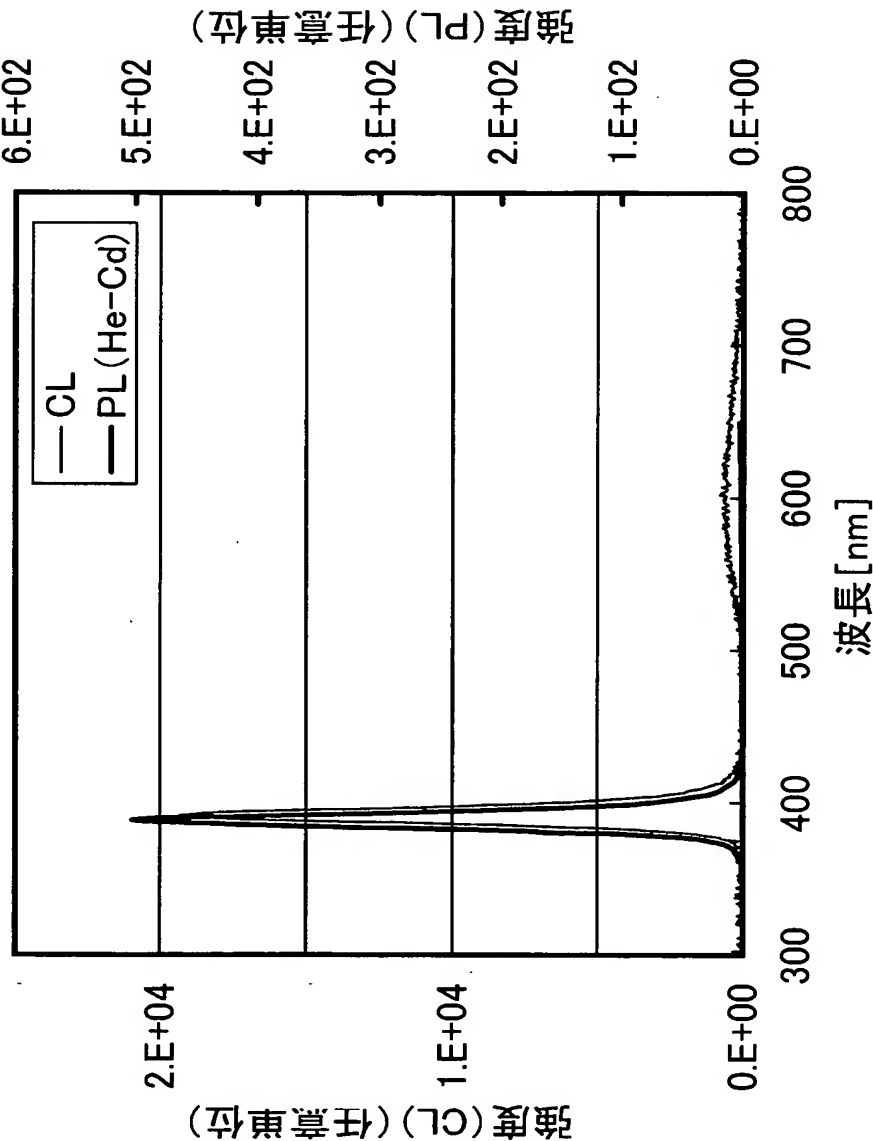
【図 4】



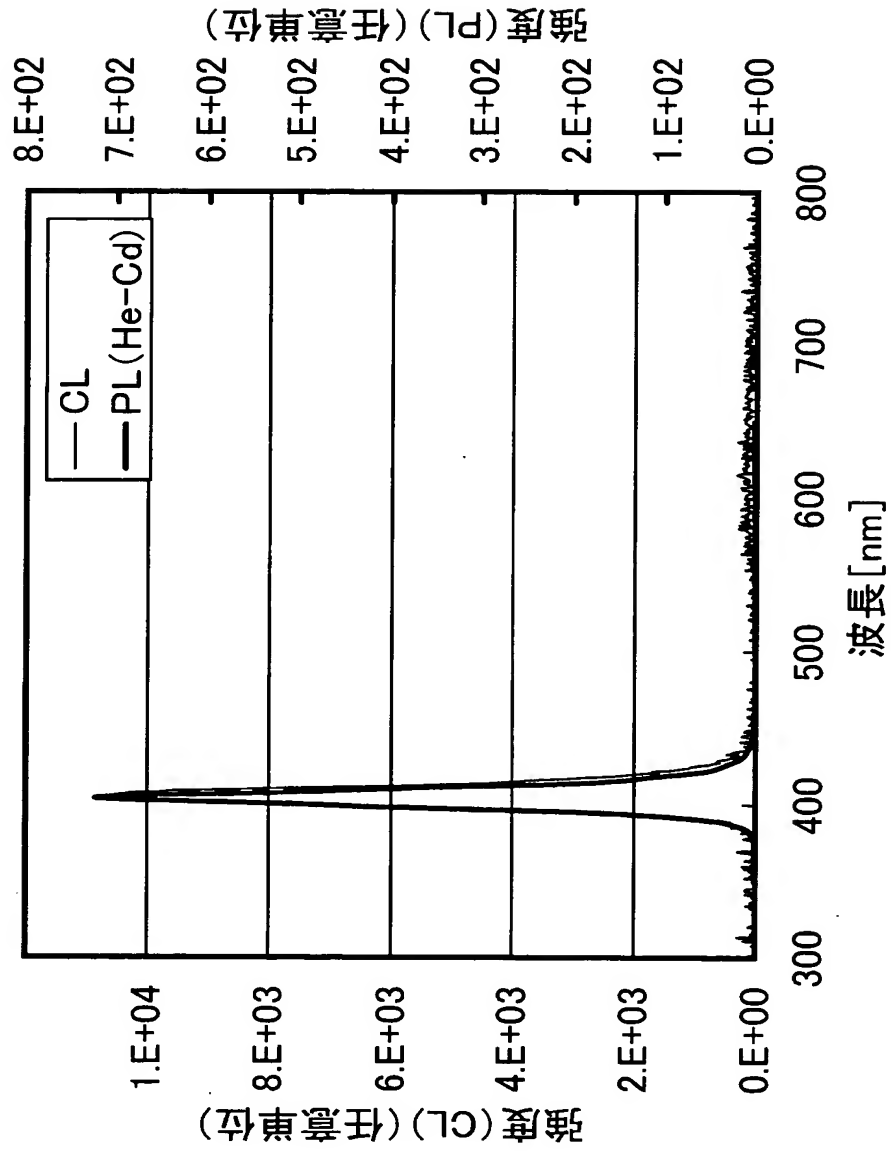
【図5】



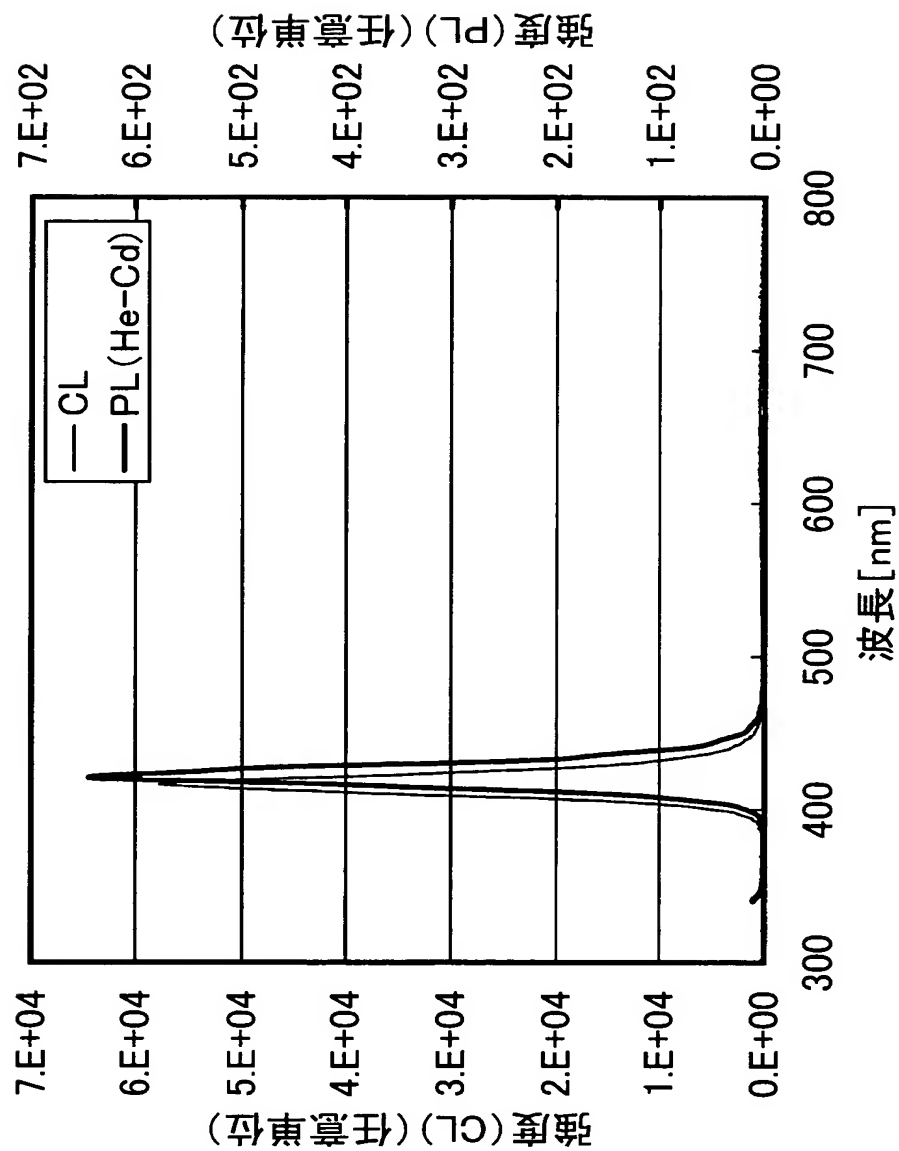
【図 6】



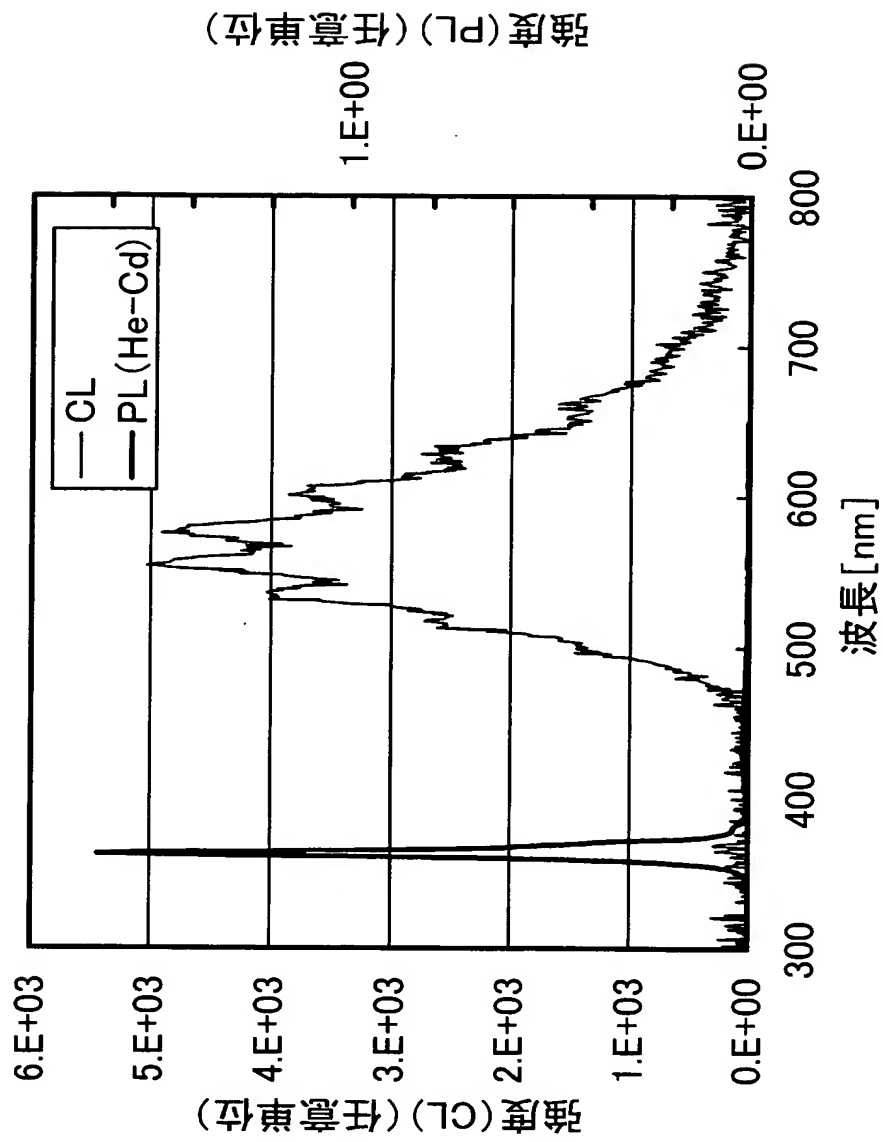
【図 7】



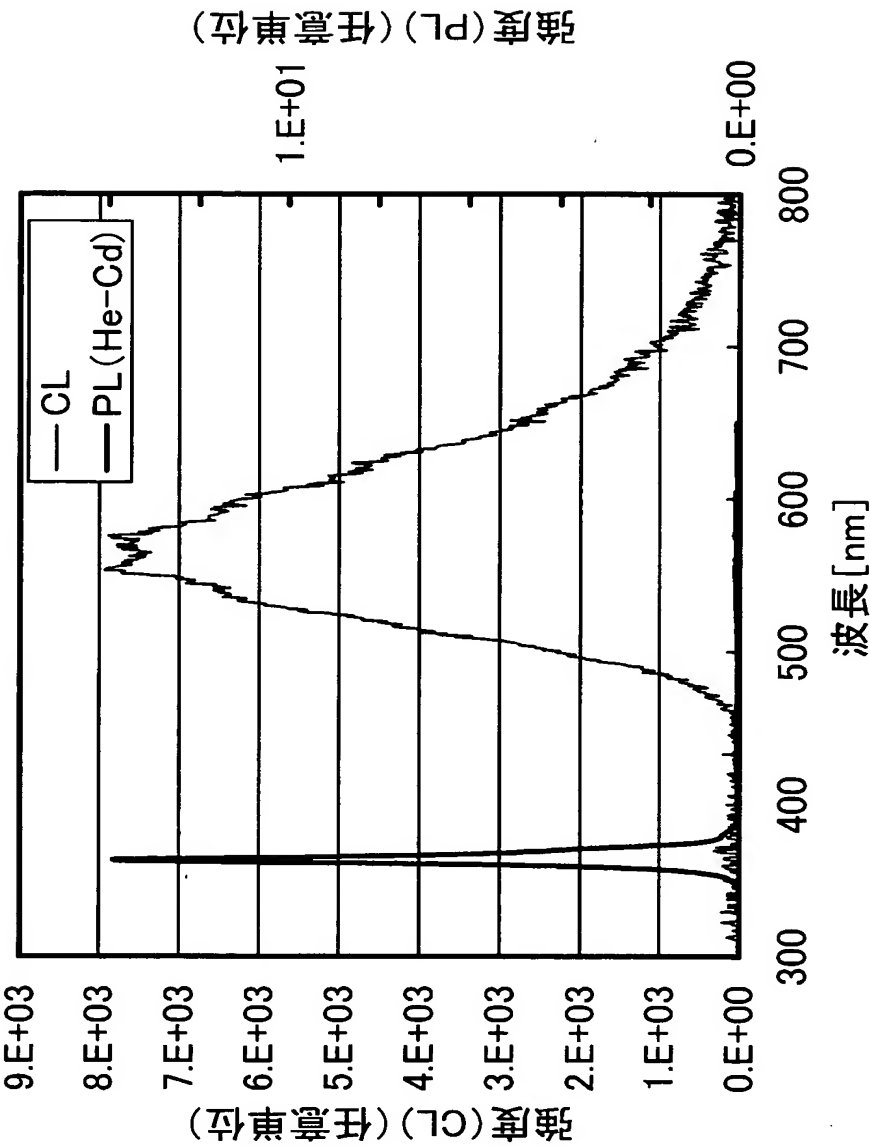
【図8】



【図 9】

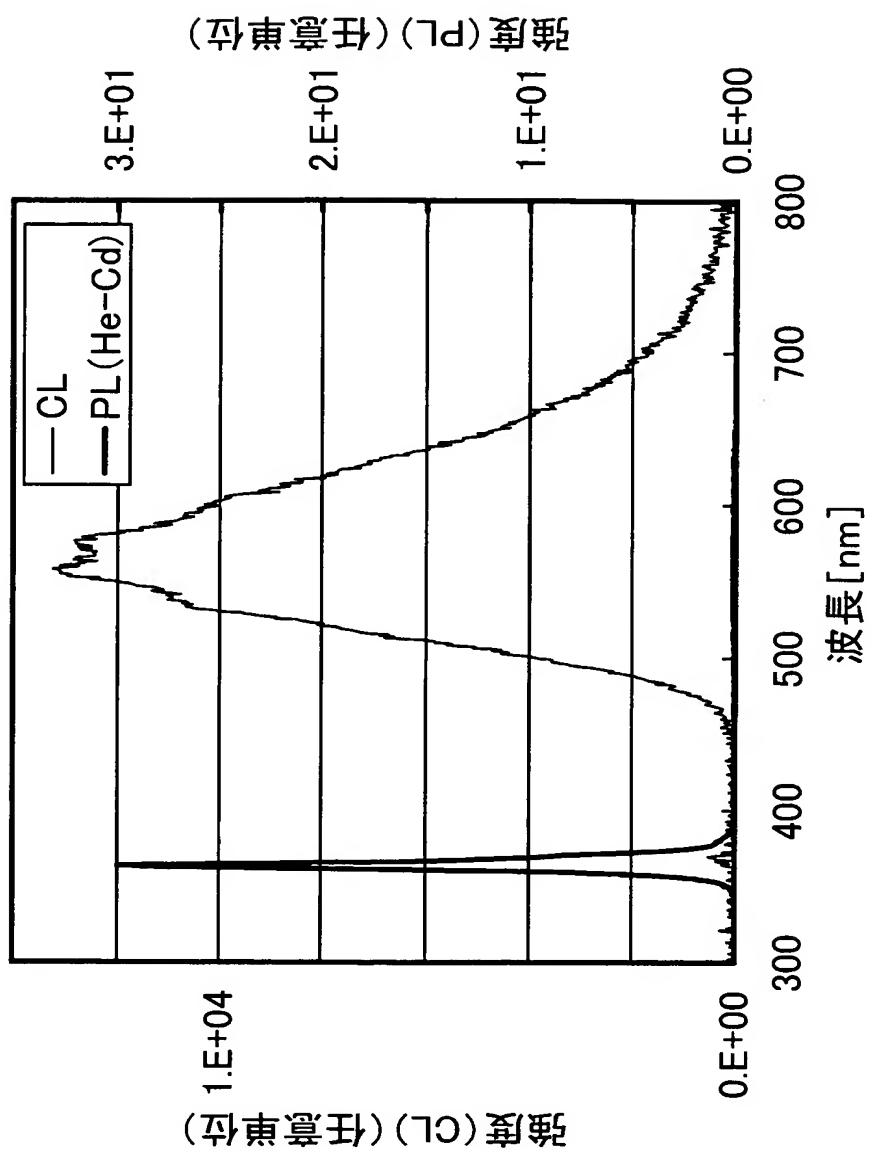


【図 10】

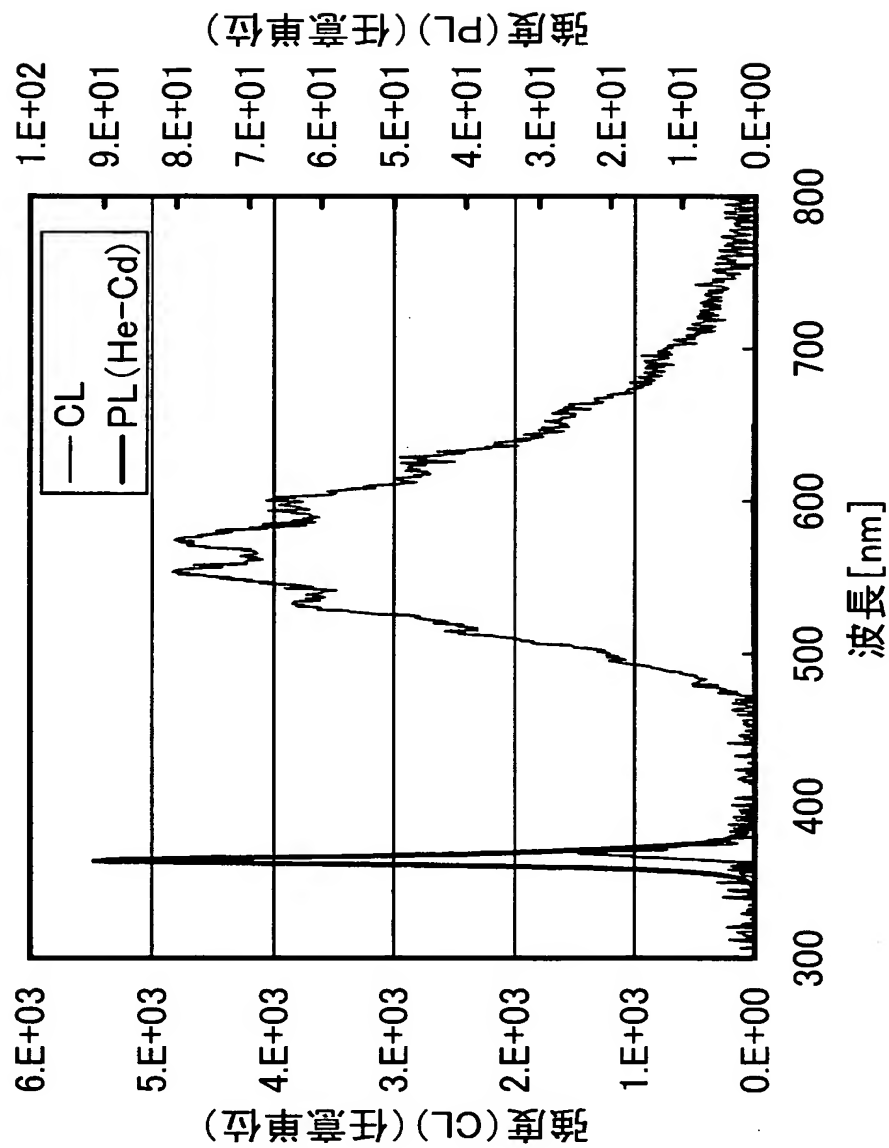




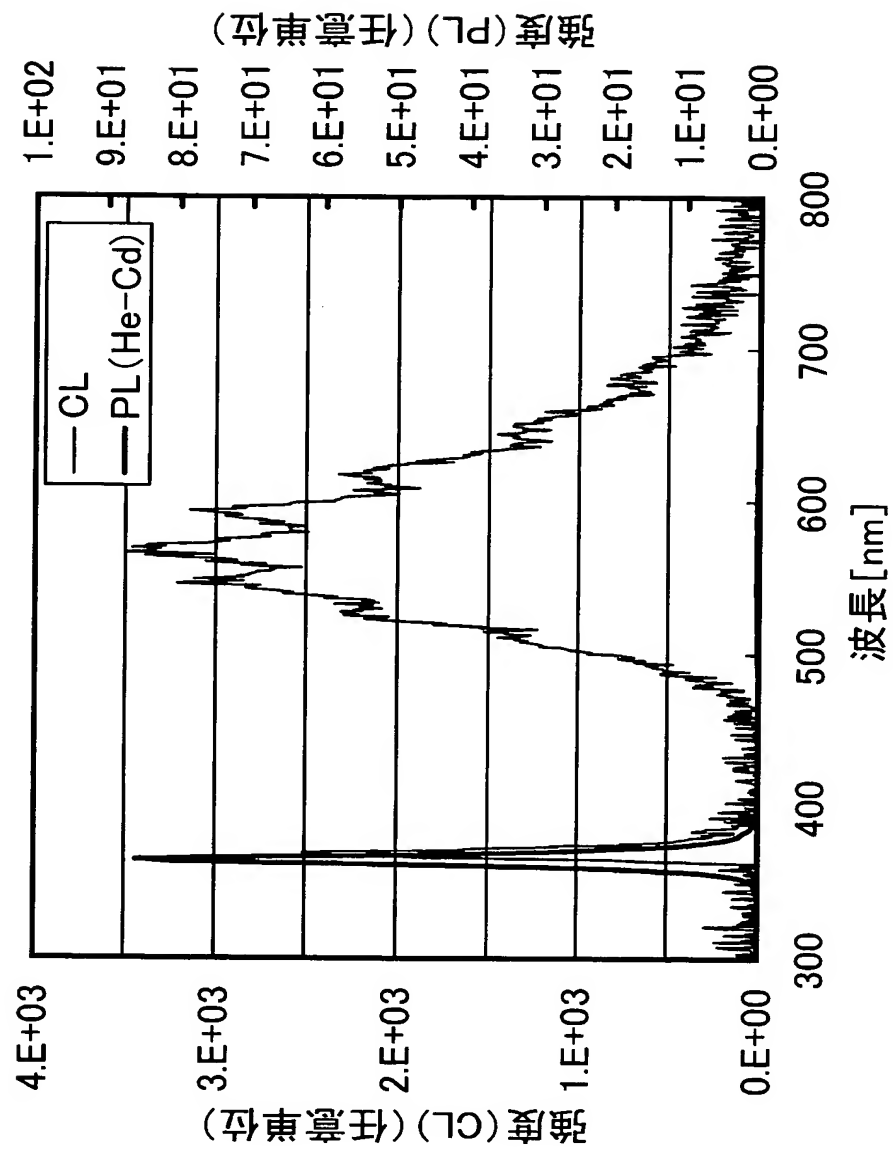
【図11】



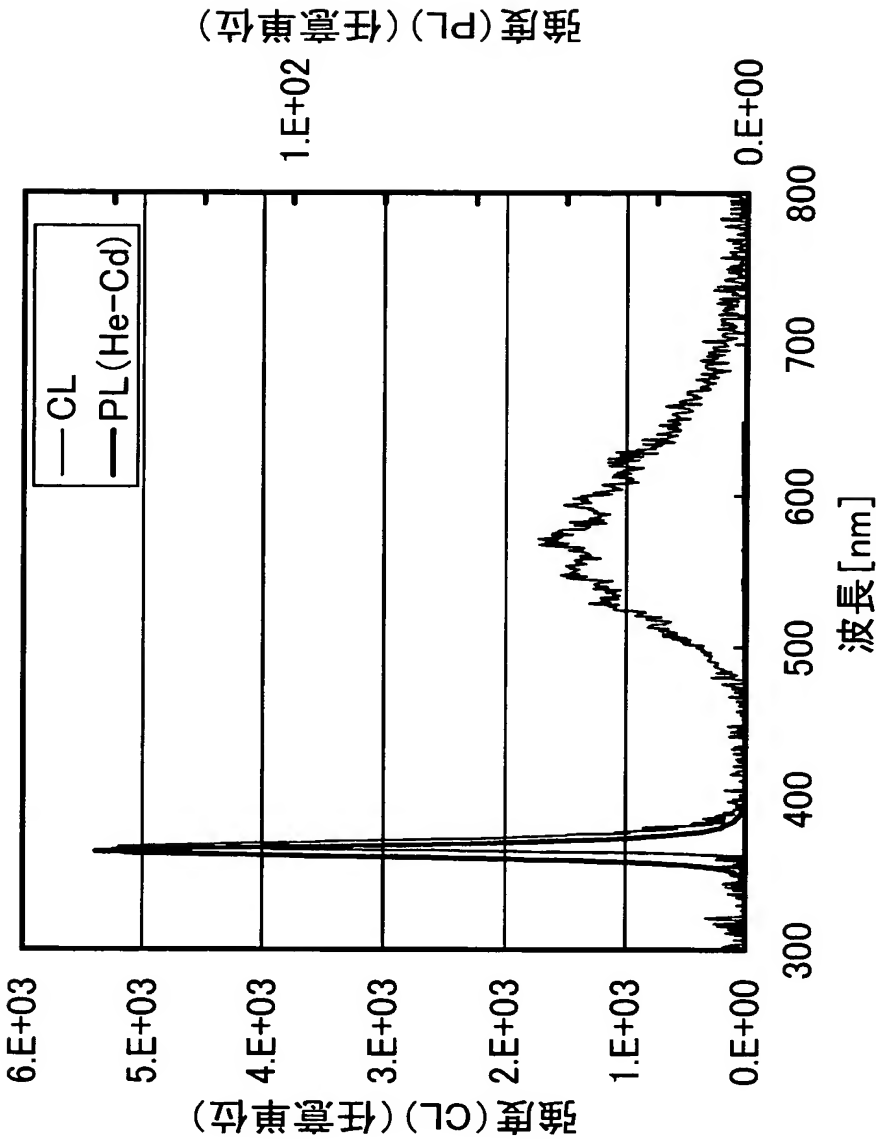
【図 12】



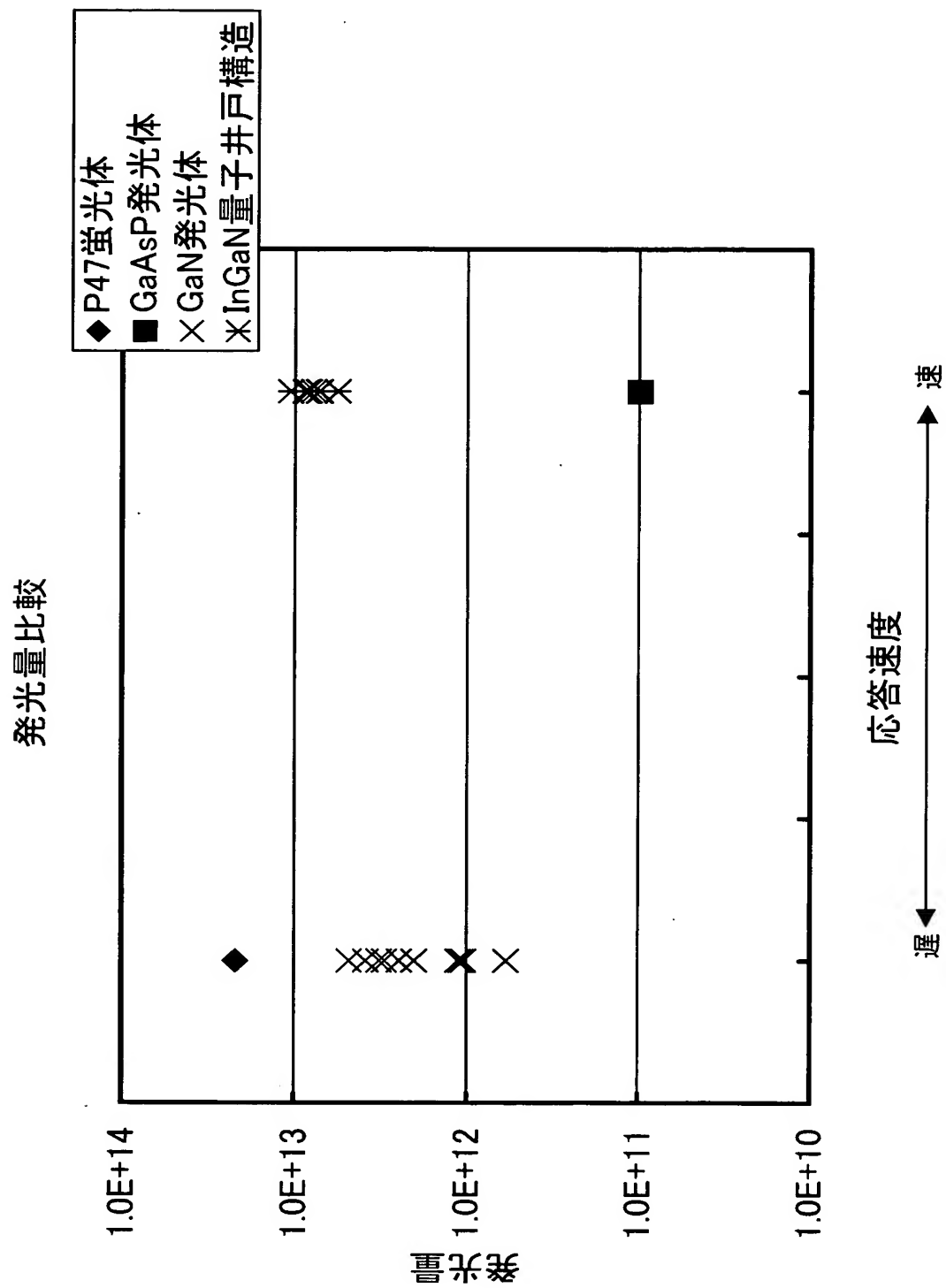
【図 13】



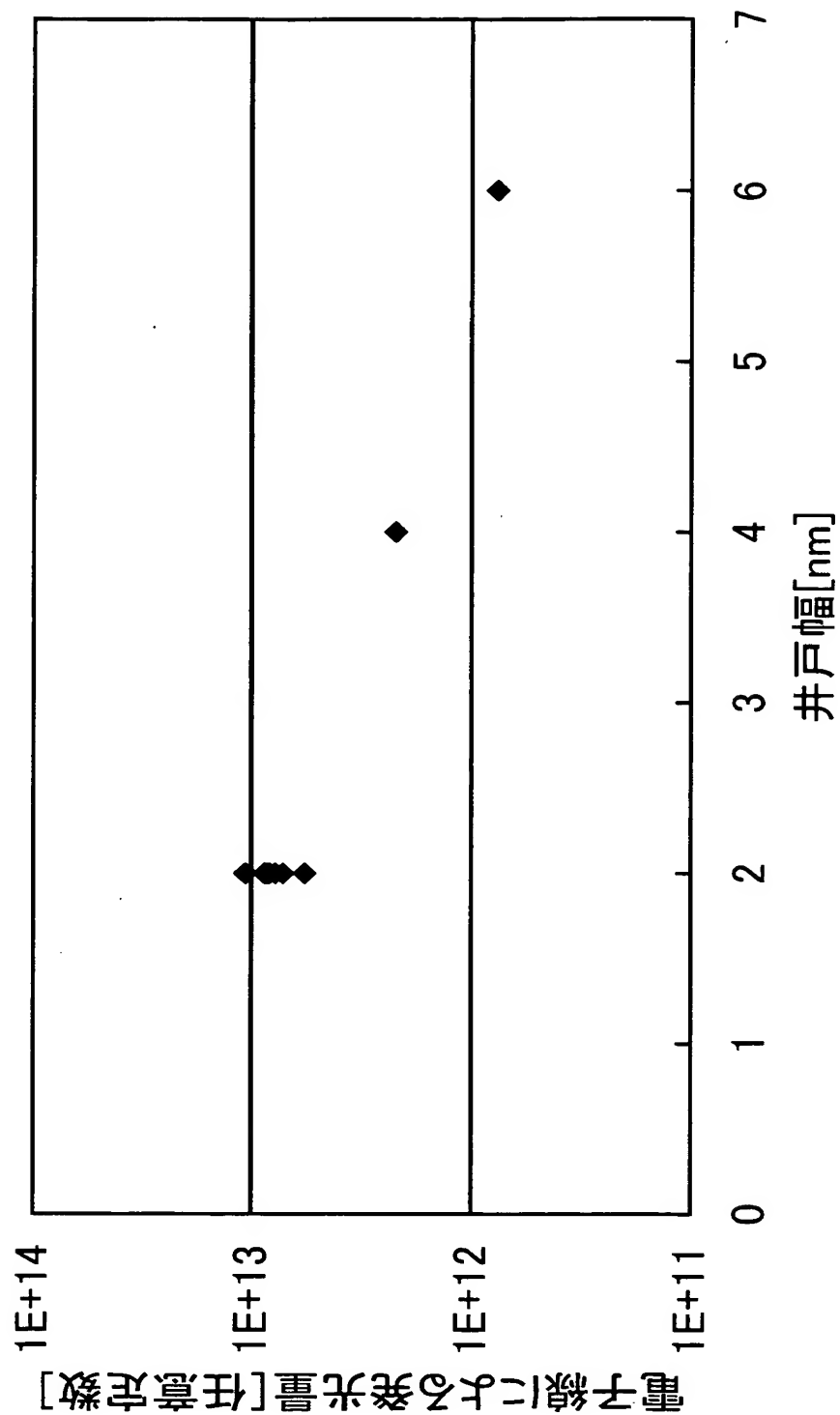
【図 1 4】



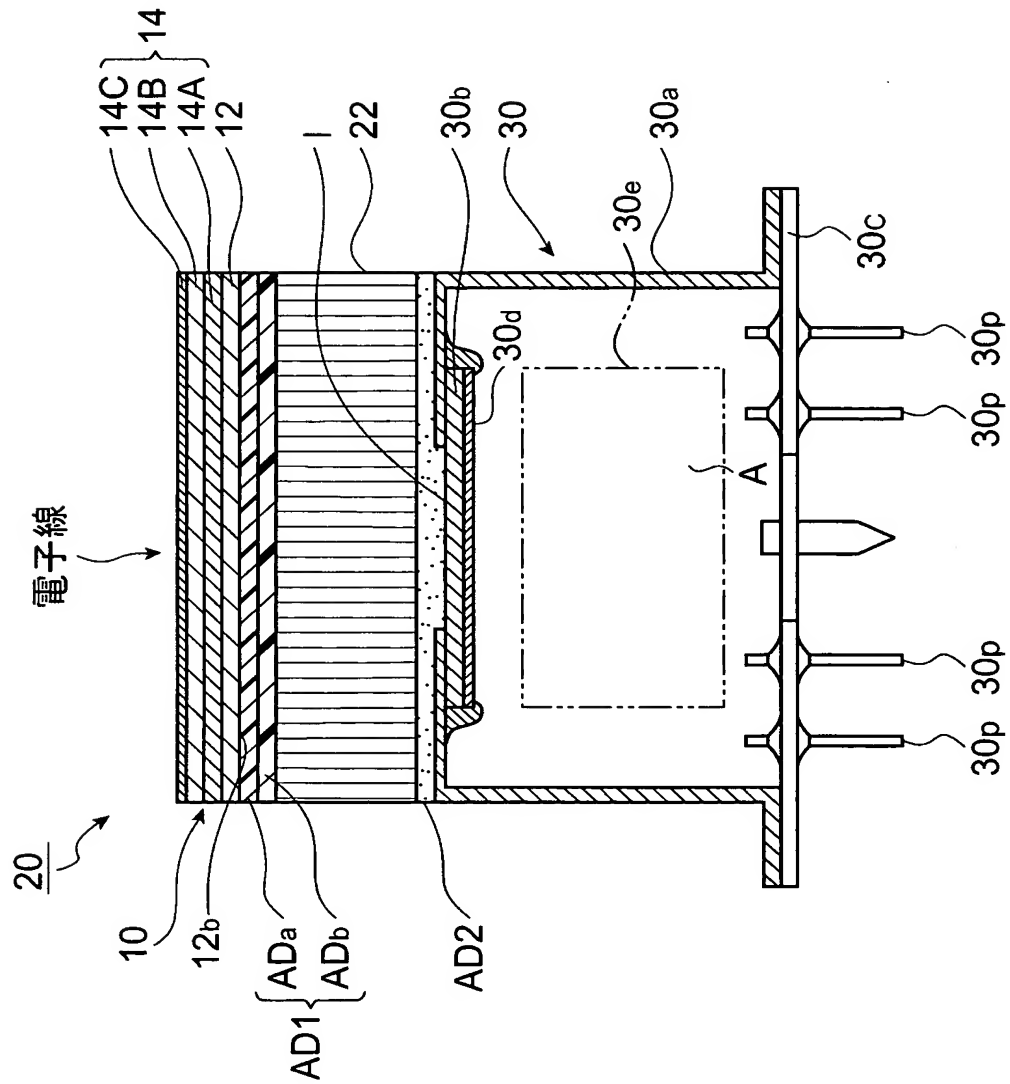
【図 15】



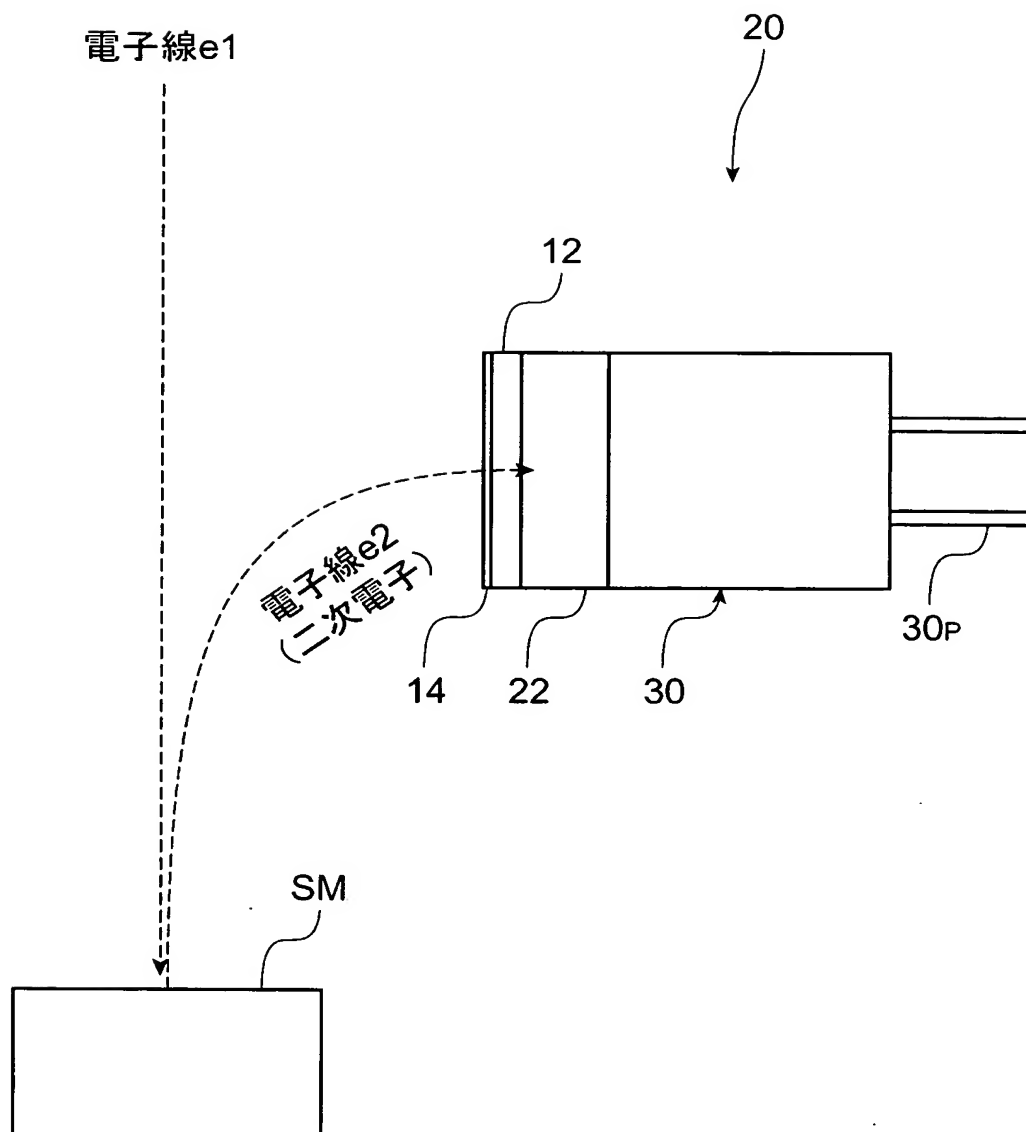
【図 16】



【図 17】

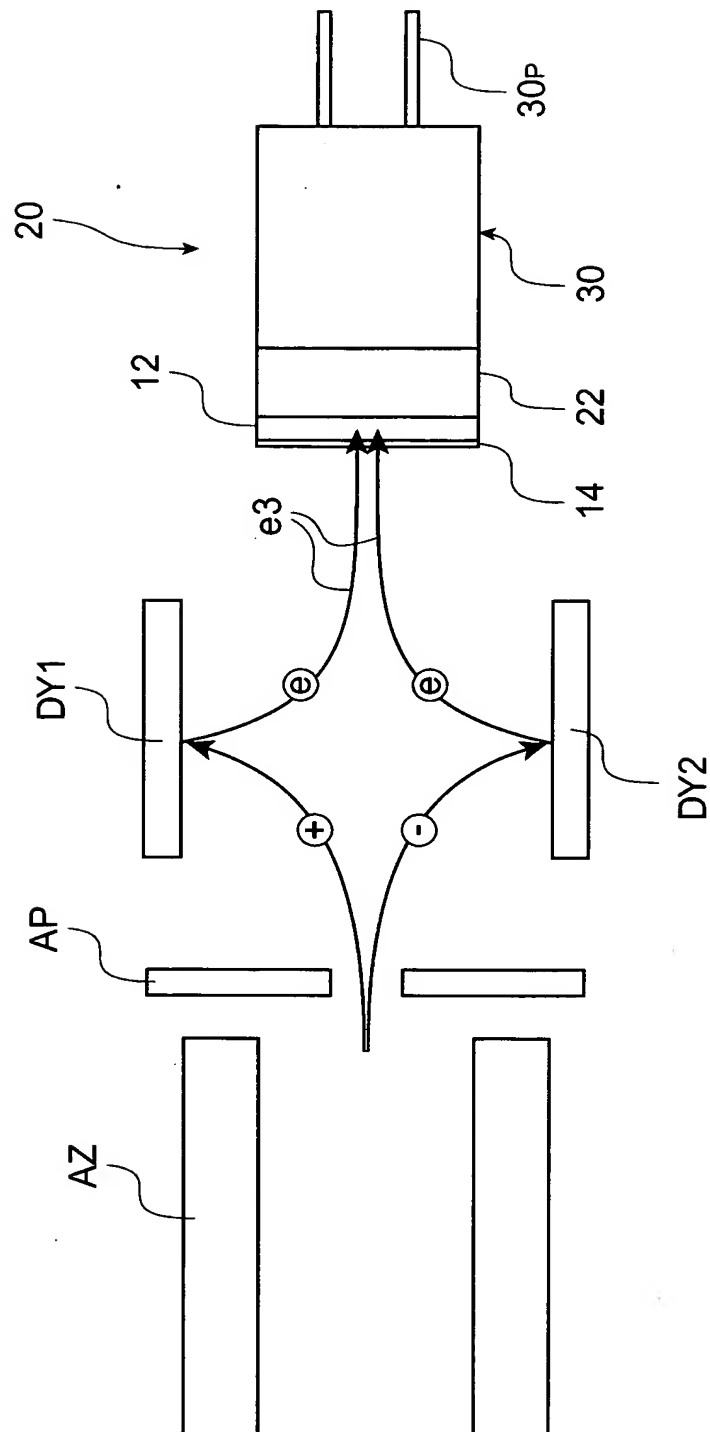


【図 18】





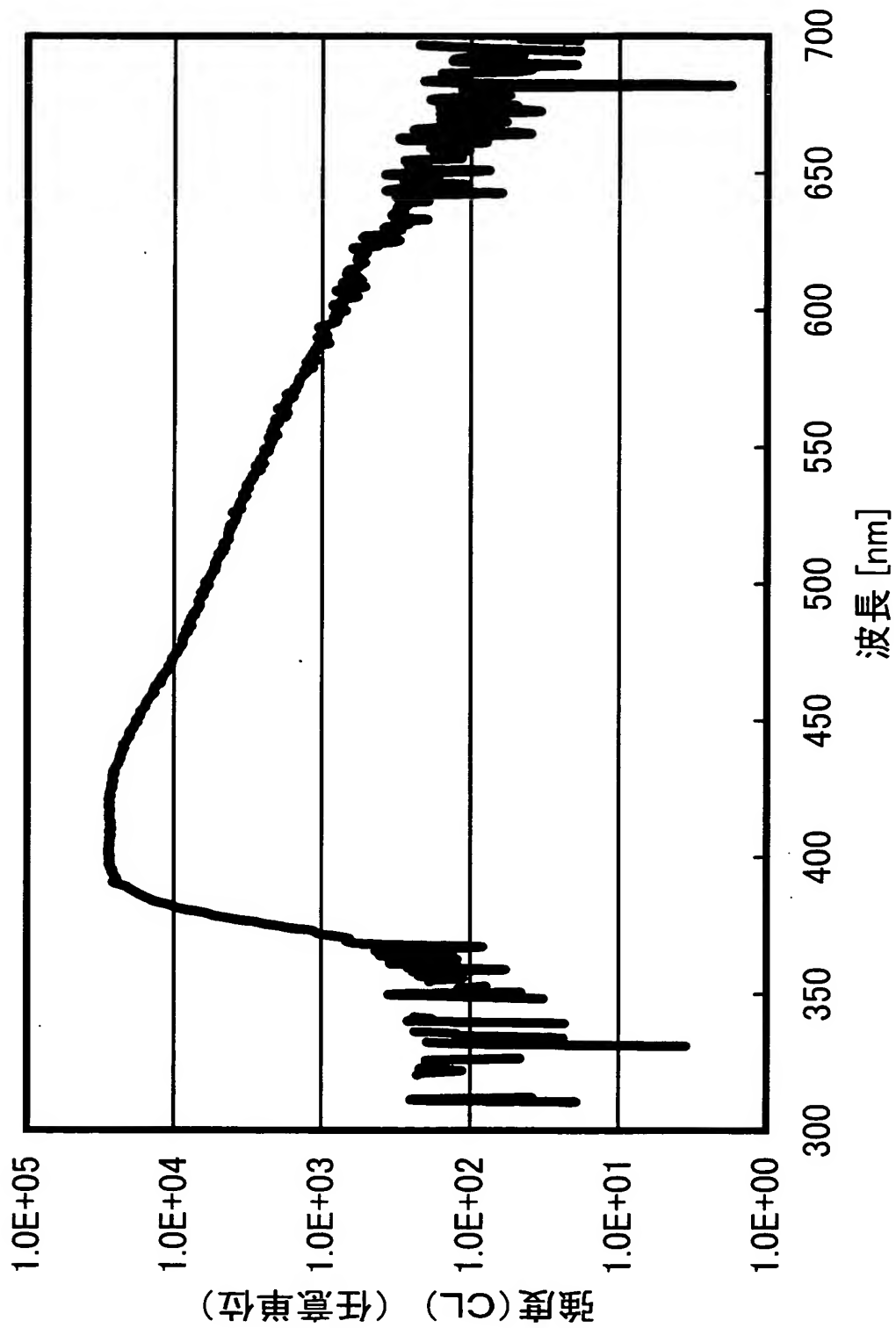
【図 19】



【図 2 0】

蛍光体	応答速度	発光強度
P47	x	○
GaN 発光体	x	○
GaAsP 発光体	○	△

【図 21】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 応答速度が速く、且つ発光強度が高い発光体と、これを用いた電子線検出器、走査型電子顕微鏡及び質量分析装置を提供する。

【解決手段】 本発明に係る発光体 1 0 においては、基板 1 2 の一方の面 1 2 a に形成された窒化物半導体層 1 4 が電子の入射により蛍光を発すると、少なくともこの蛍光の一部は基板 1 2 を透過し、基板 1 2 の他方の面 1 2 b から蛍光を出射する。この蛍光は、窒化物半導体層 1 4 の量子井戸構造への電子の入射と、これにより生成された電子と正孔の対の再結合に起因するものであり、その応答速度は  $\mu$  s e c オーダー以下である。また、この蛍光の発光強度は、従来の P 4 7 蛍光体と同程度の強度が得られている。すなわち、この発光体 1 0 は、走査型電子顕微鏡や質量分析装置への適応に十分な応答速度及び発光強度を有している。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 2 - 2 9 6 5 6 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 2 3 6 4 3 6 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

静岡県浜松市市野町 1 1 2 6 番地の 1

氏 名

浜松ホトニクス株式会社



Creation date: 03-15-2004

Indexing Officer: KCHANTHAVONGSOR - KHAMMOUN CHANTHAVONGSOR

Team: OIPEScanning

Dossier: 10690101

Legal Date: 01-30-2004

No.	Doccode	Number of pages
1	IDS	8

Total number of pages: 8

Remarks:

Order of re-scan issued on .....